

管に充満した液体クロマトグラフィー用光学活性性分離用カラムを用いて得られる下式(1)で定義されるTS係数が0.25から1.0の範囲であることを特徴とする。

【特許請求の範囲】  
【請求項1】多機能

る液体クロマトグラフイー用光学異性体分解用充填剤。  

$$\text{FR} / [t(\text{TS}) - t(\text{black})] \times \text{FR} \quad (1)$$
 异性体分析技術に関するものである。

〔請求項3〕 光学活性度測定を目的に使用される分析用試薬カラムに供される充填剤である酵素質アセト酸脱水素酵素。

〔請求項4〕 光学活性度取得を目的にするカラム方法の分類に供される充填剤アセト酸脱水素酵素。

〔請求項5〕 光学活性度測定を目的に使用される分析用試薬カラムの液波クロマトグラフィー用光学活性度測定の分類に供される充填剤アセト酸脱水素酵素。

〔精状求 7〕 多糖類糖体がセルロース又はアミロースのエヌチル糖体あるいはカハルメート糖体である精状求 6記載の液体クロマトグラフィー用光学性分子分離カラム。

〔精状求 8〕 光学端波测定を目的とする分析用光学性分子分離カラムである精状求 6記載の液体クロマトグラフィー用光学性分子分離カラム。

が、特にR I 検出器、UV 検出器などがある場合が結構できる。この两点の間に用いられる分析装置は、HPLC 装置であり、使用される検出器としては、溶出が確認できる R I 検出器、UV 検出器であるが、特にR I 検出器用い、波長 210 nm で検出する

【0017】分析条件としては測量条件、すなわち試水性剤を主とする構成要素とする移動相条件で実施する。  
具体的には、 $n\text{-ヘキサン}/2\text{-ブロモルール} = 9/1$  (v/v) の組成比の移動相である。また分析濃度は室温 (25 °C) のカラム体積  $V_{\text{c}}$  (cm<sup>3</sup>) の4分の1～9分の1、特に4.15分の1、すなわち  $(V_{\text{c}} \times (1/4.15)) \text{ ml}/\text{min}$  が好ましい。さらに T.S. の注入

【001-8】本発明においては、上記のようにして算出されたT/S係数が0.25から1.0の範囲であることが必要であり、この範囲をはずすと良好な分離性能を示す。

るが、本発明はこれら実施例に限定されるものではない。

次に、0.0g を乾燥ビリシント36.0g中、3.5g-3メチルフェニルイソシアニンアミド、8.2g-2メチルフェニルイソシアニンアミド、6.0g時間加熱搅拌を行った後、メタノール6.0Lに注ぎ込んだ。析出した固体はグラスフィルターで濾取し、メタノールで数回の洗浄後、真空

を燃<sup>す</sup> (80°C, 5時間) と行った。その結果、若干黄色がかった白色体は3.5, 3.8 (9.5%) が得られた。  
[0.024] ④ アミーストリス (3.5, 5-ジメチルフェニルカルバメート) のシリカゲルへの粗末上部(2)を得たアミローストリス (3, 5-ジメチルフェニルカルバメート) 1.0g を前記エチル 100.0mL に溶解させ、このポリマー-ドープの半量を与て(1)のシリカ

③で作製したアミロース トリス (3, 5-ジメチルブ  
エニルカルバメート) をシリカゲル上に拘束した分離剤  
を充填剤として用い、長さ 2.5 cm、内径 0.46 cm のス  
テンレス製カラムにスラリー充填法で充填し、光学性  
分子分離カラムを作製した。

シメチルフェニルカルバメート) 相対光学活性度分離用  
充填剤の作製方法  
① シカリガル表面処理  
実験例 ①と同じく、多孔質シリカガル(粒径2.0μm 平均粒径1.390μm)にカルボマチル表面処理を施す。  
【0027】② アミロース トリス(3, 5-ジメチ

ルフェニカル(バーメー)の台成  
実験例 の②と同様の手法により、アミロース・トリス  
(3、5-ジメチルフェニルカルバメート)を作製し  
た。  
【0028】③、アミロース・トリス(3、5-ジメチ  
ルフェニルカルバメート)のシリカゲルへの粗  
上記②で得たアミロース・トリス(3、5-ジメチルフ

分間の減圧乾燥することで、目的のアミロース トリス (3, 5-ジメチルフェニルカルバメート) を作製した。

【0036】③ アミロース トリス (3, 5-ジメチルカルバメート) のシリカゲルへの相持上記②で得たアミロース トリス (3, 5-ジメチルフェニルカルバメート) 1.25 g を酢酸エチル (2.5 g) に溶解させ、このポリマー-ドープの1/2量をシリカゲル 2.375 g に混ぜた。塗布後、酢酸エチルを 50 °C, 1.2 Torr の条件で 0.5 分間の減圧乾燥を行ふことで、目的のアミロース トリス (3, 5-ジメチルフェニルカルバメート) を得た。

【0042】比較例 1  
T S 保数 = 1, 0.50 のアミロース トリス (3, 5-ジメチルフェニルカルバメート) 相持光学異性体分離用光焼却の作製方法

① シリカゲル表面処理  
実施例 1 ①と同じく、多孔質シリカゲル (粒径 2.04 μm, 平均孔径 1.300 Å) にカルボモイル表面処理を施した。

【0043】② アミロース トリス (3, 5-ジメチルフェニルカルバメート) の合成  
実施例 1 ②と同じ手の方法により、アミロース トリス (3, 5-ジメチルフェニルカルバメート) を作製した。

【0044】③ アミロース トリス (3, 5-ジメチルフェニルカルバメート) のシリカゲルへの相持上記②で得たアミロース トリス (3, 5-ジメチルカルバメート) 2.5 g を酢酸エチル 1.8, 7.5 g に溶解させ、このポリマー-ドープの1/4量を均一にシリカゲル 3.75 g に混ぜた。塗布後、酢酸エチルを 50 °C, 1.2 Torr の条件で 1.5 分間の減圧乾燥を行ふ。引抜きポリマー-ドープの1/4量を回収して、下記の測定式によつて T S 保数を算出した。結果を表 1 に示す。

実施例 1 の①と同じく、多孔質シリカゲル (粒径 2.04 μm, 平均孔径 1.300 Å) にカルボモイル表面処理を施した。

【0037】④ 作製光焼却からの HPLC 用光焼却カラム作製  
③で作製したアミロース トリス (3, 5-ジメチルカルバメート) をシリカゲル上に相持した分離剤を光焼却として用い、長さ 2.5 cm, 内径 0.46 cm のスループット作製カラムにスラリー-光焼却法で充填し、光学異性体用分離カラムとして用いた。

【0038】実施例 3  
T S 保数 = 0.28 のアミロース トリス (3, 5-ジメチルフェニルカルバメート) 相持光学異性体分離用光焼却の作製方法

① シリカゲル表面処理  
実施例 1 の①と同じく、多孔質シリカゲル (粒径 2.04 μm, 平均孔径 1.300 Å) にカルボモイル表面処理を施した。

【0039】② アミロース トリス (3, 5-ジメチルカルバメート) の合成  
実施例 1 の②と同じ手の方法により、アミロース トリス (3, 5-ジメチルフェニルカルバメート) を作製した。

【0040】③ アミロース トリス (3, 5-ジメチルカルバメート) のシリカゲルへの相持上記②で得たアミロース トリス (3, 5-ジメチルカルバメート) の合成分離剤を用いて、アミロース トリス (3, 5-ジメチルカルバメート) のシリカゲル表面処理を行つて、このポリマー-ドープの1/2量を均一にシリカゲル 1.2, 5 g に混ぜた。塗布後、酢酸エチルを 50 °C, 1.2 Torr の条件で 1.5 分間の減圧乾燥を行ふ。引抜きポリマー-ドープの1/4量を回収して、下記の測定式によつて T S 保数を算出した。結果を表 1 に示す。

実施例 1 の①と同じく、多孔質シリカゲル (粒径 2.04 μm, 平均孔径 1.300 Å) にカルボモイル表面処理を施した。

【0041】④ 作製光焼却からの HPLC 用光焼却カラム作製  
③で作製したアミロース トリス (3, 5-ジメチルカルバメート) をシリカゲル上に相持した分離剤を光焼却として用い、長さ 2.5 cm, 内径 0.46 cm のスループット作製カラムにスラリー-光焼却法で充填し、光学異性体用分離カラムを作製した。

【0042】比較例 2  
T S 保数 = 0.24 のアミロース トリス (3, 5-ジメチルフェニルカルバメート) 相持光学異性体分離用光焼却の作製方法

① シリカゲル表面処理  
実施例 1 の①と同じく、多孔質シリカゲル (粒径 2.04 μm, 平均孔径 1.300 Å) にカルボモイル表面処理を施した。

【0043】② アミロース トリス (3, 5-ジメチルカルバメート) の合成  
実施例 1 の②と同じ手の方法により、アミロース トリス (3, 5-ジメチルフェニルカルバメート) を作製した。

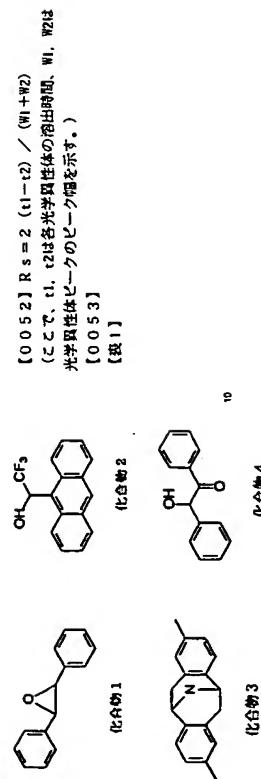
【0044】実施例 4  
T S 保数 = 0.69 のアミロース トリス (3, 5-ジメチルカルバメート) 相持光学異性体分離用光焼却の作製方法

① シリカゲル表面処理  
実施例 1 の①と同じく、多孔質シリカゲル (粒径 2.04 μm, 平均孔径 1.300 Å) にカルボモイル表面処理を施した。

【0045】② アミロース トリス (3, 5-ジメチルカルバメート) の合成  
実施例 1 の②と同じ手の方法により、アミロース トリス (3, 5-ジメチルフェニルカルバメート) を作製した。

【0046】比較例 2  
T S 保数 = 0.16 × [t(TS) - 0.16] × 1.0 / [t(TS) - 0.16] × 1.0  
さらに実施例 1 ～ 5 及び比較例 1 ～ 2 において作製した HPLC 用光学異性体分離用カラムを用い、セゼミ体である下記式で得られる化合物 1 ～ 4 の光学分割を行い、下記式により、各光学活性体の分離の程度を示す相持する分離度 R<sub>f</sub> 値を算出した。その結果を表 1 に示す。

【0047】  
[化 1]



Hg/ICP カラム	ICP (mAU)	TS強度	分離度 (R <sub>d</sub> )		
			化合物1	化合物2	化合物3
1	2.67	0.627	4.91	1.66	1.98
2	2.15	0.926	3.40	1.05	1.44
3	3.14	0.286	3.55	1.03	1.21
4	2.42	0.696	3.86	1.21	1.63
5	2.94	0.379	5.49	1.38	1.90
上	2.03	1.050	2.17	0.63	1.01
下	2.35	0.240	2.28	0.69	0.65

〔0054〕また光照射の T S 係数と化合物 1 の R s 価との関係を図 1 に、光照射の T S 係数と化合物 2 ~ 4 の S 価との関係を図 2 に示した。

【図面の意味的な説明】  
【図1】充填剤のTS保数と化合物1のRS値との関係を示す図である。

Figure 1: A line graph showing the relationship between  $R_g$  and  $R_g^0$ . The y-axis is labeled  $R_g/R_g^0$  and ranges from 0.3 to 1.0. The x-axis is labeled  $R_g^0$  and has values 0.100, 0.200, 0.300, 0.400, 0.500, 0.600, 0.700, 0.800, 0.900, and 1.000. A single data series is plotted, showing a sharp increase from  $R_g^0 = 0.100$  to 0.200, followed by a gradual increase with some fluctuations as  $R_g^0$  increases further.

フロントページの続きを読む  
(5) Int. Cl. 1' C 07 C 29/76 33/40 45/79 45/19 45/23  
／(W1 + W2)  
の投出時間、W1、W2は  
表示です。)

フロントページの統一  
(5) Int. Cl.<sup>1</sup>  
C 07 C 29/76  
33/40  
45/79  
40/93



(8)



特開2001-296288



：特價2001=296288



特開2001-296288

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

**BLACK BORDERS**

**IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**

**FADED TEXT OR DRAWING**

**BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**

**SKEWED/SLANTED IMAGES**

**COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**

**GRAY SCALE DOCUMENTS**

**LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**

**REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**

**OTHER:** \_\_\_\_\_

## **IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**